

**ВЛИЯНИЕ СОСТАВА ПРЕКЕРАМИЧЕСКИХ БУМАГ НА МИКРОСТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ  
СОСТАВ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ МАХ-ФАЗЫ  $Ti_3SiC_2$  ПОЛУЧЕННЫХ ПУТЕМ  
ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ\***

Е.П. Седанова, Е.Б. Кашкаров, М.С. Сыртанов

Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.М. Лидер

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: [eps4@tpu.ru](mailto:eps4@tpu.ru)

**INFLUENCE OF PRECERAMIC PAPER COMPOSITION ON MICROSTRUCTURE AND PHASE  
COMPOSITION OF  $Ti_3SiC_2$ -BASED MAX-PHASE COMPOSITES OBTAINED BY SPARK PLASMA  
SINTERING\***

E.P. Sedanova, E.B. Kashkarov, M.S. Syrtanov

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.M. Lider

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: [eps4@tpu.ru](mailto:eps4@tpu.ru)

**Abstract.** *This paper is devoted to synthesis of  $Ti_3SiC_2$ -based composites using a preceramic paper as a feedstock. The preceramic paper with  $Ti_3SiC_2$ -powder filler and different organic binder (cellulose) content was obtained by spark plasma sintering (SPS) method at 50 MPa pressure for 10 min holding time. The temperature of sintering was 1473 K. The influence of organic content on microstructure and phase composition of the sintered materials was analyzed.*

**Введение.** МАХ-фаза  $Ti_3SiC_2$ , относящаяся к классу тугоплавких материалов, в общем виде описываемому формулой  $M_{n+1}AX_n$ , где М – переходный металл, А – элемент IIIA-IVA подгруппы периодической системы, X – углерод или азот, является хорошо изученным соединением и представляет высокий интерес для современной промышленности с практической точки зрения. Особенности строения данного соединения обуславливают уникальное сочетание в нём свойств металла и керамики, таких как высокая температура плавления, жаропрочность, стойкость к термическим ударам, высокий модуль упругости, стойкость к окислению и коррозии, теплопроводность и механическая обрабатываемость [1].

В рамках настоящего исследования рассматривается возможность получения композитов на основе МАХ-фазы  $Ti_3SiC_2$  методом искрового плазменного спекания (ИПС) с использованием прекерамических бумаг с неорганическим порошковым наполнителем  $Ti_3SiC_2$  в качестве исходного сырья [2]. Предполагается, что использование прекерамических бумаг при высокотемпературном спекании позволит получать керамические материалы заданной формы и геометрии, а их физико-химические свойства возможно регулировать до значений, соответствующим требованиям к готовым изделиям, изменением концентрации органического связующего в бумаге или параметров режима спекания. В настоящее время в литературе отсутствуют данные о влиянии состава прекерамических бумаг на синтез композитов методом искрового плазменного спекания. Таким образом, в рамках

исследования было изучено влияние концентрации органического связующего в бумаге на микроструктуру и фазовый состав синтезированных композитов.

**Материалы и методы исследования.** Синтез керамических материалов осуществлялся на установке искрового плазменного спекания Advanced Technology SPS 10-4. Преформа, состоящая из нескольких слоёв прекерамической бумаги помещалась между двумя пуансонами в графитовую оснастку. Спекание осуществлялось в среде вакуума при температуре 1200 °С, давлении 50 МПа в течение 10 минут. Варьировалось содержание органического связующего – волокон целлюлозы – в прекерамических бумагах от 10 до 40 масс.%. Спеченные при указанном режиме образцы, представляющие собой плотные монолитные диски диаметром 20 мм, подвергались механической обработке поверхности путем шлифовки и полировки для дальнейших исследований.

Анализ структуры образцов осуществлялся методом рентгеновской дифракции на дифрактометре Shimadzu XRD 7000S (CuK $\alpha$  излучение), оборудованном высокоскоростным 1280-канальным детектором OneSight. Микроструктура и элементный состав поверхностей материалов анализировались методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе EVO 50 XVP.

**Результаты и обсуждение.** Анализ дифракционных данных выявил строгую закономерность изменения содержания фаз в зависимости от доли органического связующего в прекерамической бумаге (рисунок 1). Установлено, что изменение доли органического связующего в диапазоне от 10 до 40 масс.% приводит к сжиганию содержания фазы Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> с 69,4 до 49 об.%. Наряду со снижением содержания МАХ-фазы наблюдается повышение объемного содержания фазы TiC и TiSi<sub>2</sub>. Увеличение доли карбидной фазы TiC в композитах с ростом содержания органического связующего обусловлено повышением концентрации свободного углерода, образующегося в результате разложения органических волокон. Таким образом, было установлено, что образующийся углерод, вступая в реакцию с МАХ-фазой Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>, приводит к её частичному разложению и формированию фаз карбида титана TiC и дисилицида титана TiSi<sub>2</sub>.

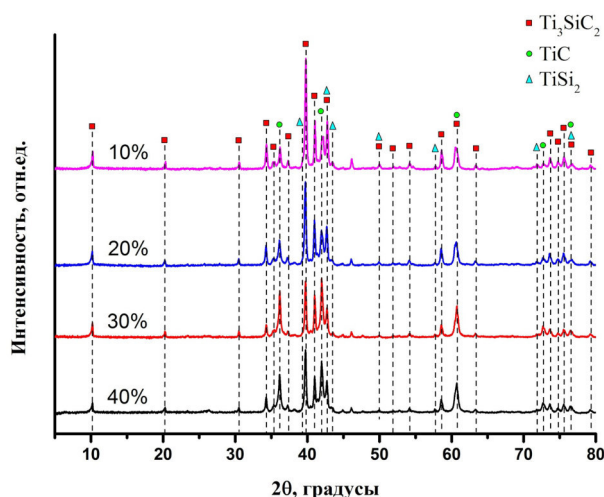


Рис. 1. Дифрактограммы керамических композитов на основе Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> полученные методом ИПС при 1200 °С и давлении 50 МПа с различным содержанием органического связующего

Анализ изображений поверхности (рисунок 2), полученных на сканирующем электронном микроскопе, показал значительную разницу в микроструктуре материалов в зависимости от концентрации органического связующего в исходном сырье. Уменьшение доли органического

связующего в спекаемых бумагах приводит к уплотнению материала и, соответственно, снижению его пористости (темные области) при температуре спекания 1200 °С. В структуре композитов с долей органики 30 и 40 % наблюдаются продолговатые поры, образующиеся в результате разложения целлюлозных волокон. Такие поры начинают разрушаться при повышении давления спекания и практически не наблюдаются при повышении давления до 50 МПа и выше для прекерамических бумаг с долей органических связующих 10 %, что показано в работе [3].

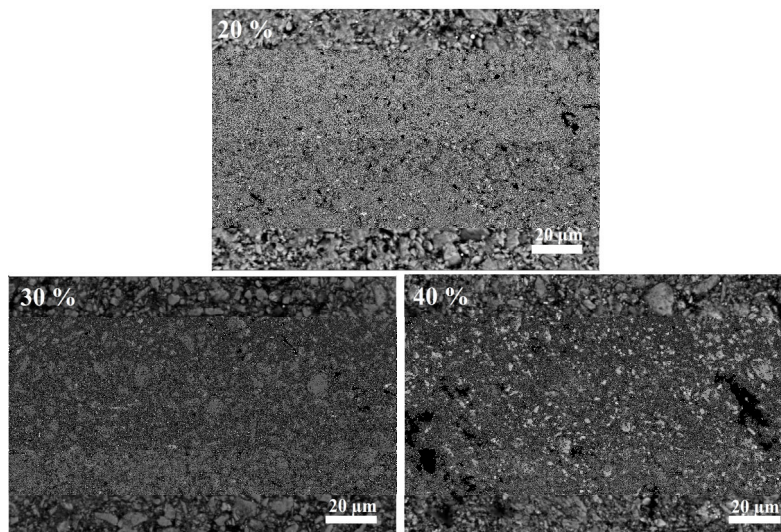


Рис. 2. СЭМ-изображения поверхности композитов на основе  $Ti_3SiC_2$ , полученных методом ИПС при 1200 °С и давлении 50 МПа с различным содержанием органического связующего

**Заключение.** Было изучено влияние состава прекерамических бумаг на микроструктуру и фазовый состав композитов на основе  $Ti_3SiC_2$  полученных путем искрового плазменного спекания. Установлено, что повышение доли органического связующего в исходных прекерамических бумагах приводит к перераспределению фаз в полученных композитах: снижению доли МАХ-фазы и повышению содержания карбидной и силицидной фаз. Для синтеза композитов с высоким содержанием МАХ-фазы предпочтительно использовать прекерамические бумаги с меньшей долей органического связующего (не более 10 %). Изменение состава прекерамических бумаг позволяет получать композиты с различной микроструктурой, что может быть использовано для получения композитов с градиентом по пористости.

\*Выполнено при финансовой поддержке РФФИ (проект № 19-19-00192).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Abraham T. Powder market update: nanoceramic applications emerge // American Ceramic Society Bulletin. – 2004. – V. 83., №. 8. – P. 23-25.
2. Travitzky N. et al. Preceramic Paper Derived Ceramics // Journal of the American Ceramic Society. – 2008. – V. 91., №. 11. – P. 3477-3492.
3. Sedanova E. P. et al. SiC-and  $Ti_3SiC_2$ -Based Ceramics Synthesis by Spark Plasma Sintering of Preceramic Paper // Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2020. – V. 1443., №. 1. – P. 012007.